

Cited Reference 3

(JP-A S49-042518/1974)

What is claimed is:

A process for producing titanium tetrachloride by supplying a raw titanium material and a reducing substance to a fluidized chlorinating furnace and introducing a chlorine-containing gas to chlorinate the raw titanium material at a temperature of 900 to 1100°C while being fluidized, characterized in that the chlorine-containing gas is introduced so that the superficial linear velocity of the gas in the furnace (based on the reaction temperature) becomes 5 to 20 cm/sec., and that the amount of the chlorine-containing gas is increased so that the superficial linear velocity of the gas can intermittently achieve a value 1.2 to 3 times larger than said superficial linear velocity (5 to 20 cm/sec.).

BEST AVAILABLE COPY

DIALOG(R)File 352:DERWENT WPI  
(c) 2000 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

001185131

WPI Acc No: 1974-58991V/197433

Titanium tetrachloride fluid bed prodn - the loss of material reduced by  
lowering the linear velocity of reactive gases

Patent Assignee: ISHIHARA SANGYO KAISHA LTD (ISHH )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
JP 49042518	A	19740422				197433 B

Priority Applications (No Type Date): JP 7286673 A 19720831

Abstract (Basic): JP 49042518 A

Fluidized Ti-contg. material and C are treated in a furnace with  
Cl-contg. gas (linear velocity 5-20 cm/sec.) at 900-1000 degrees C. The  
velocity is gradually increased to 1.2-3-fold. In an example, Ti  
material 32-200 mesh >99% contg. TiO<sub>2</sub> 96.3 and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 14% 28.0 and petr.  
coke 20-80 mesh >99% contg. 96-98% C 6.5 kg/hr. were introduced into a  
40 diam. x 150 cm cylinder and treated with 1/min Cl 197, O<sub>2</sub>20, and  
N<sub>2</sub>35 at 15.6 cm/sec velocity and 328, 34, and 59 at 25.9, resp., for 8  
and 2 min, resp. Carry-over of the Ti material was 2.5% and 5.2% resp.

Derwent Class: M25

## 公開特許公報

（2000円）

## 特許願

昭和47年 8月31日

特許庁長官 三名幸夫 勝

1. 発明の名称 固塩化チタンの製造方法

2. 発明者 フジタ・ヒロシ

住所(近所) 大阪市東山区山科田ノ宮長水町10番地  
氏名 是立富雄(及川2名)

3. 特許出願人

郵便番号 531-0111

住所 大阪市西区北堀町1丁目11番地の1

氏名 (033) 石印安次郎会社

取締役社長 健三

4. 代理人

郵便番号 531-0111

住所(近所)

氏名(名跡)

5. 送付書類の目録

(1) 請書副本	1通
(2) 明細書	1通
(3)	通
(4)	通

17 056073

⑪特開昭 49-42518

⑬公開日 昭49.(1974) 4.22

⑫特願昭 47-86673

⑭出願日 昭47(1972) 8.31

審査請求 未請求 (全4頁)

庁内整理番号 52日本分類

7225 42 10 E11

7203 41 15 E2

## 明細書

1. 発明の名称 固塩化チタンの製造方法

2. 特許請求の範囲

塊状塩化鉄にチタン風呂及び還元性物質を供給し、塩素含有ガスを導入して、900~1100°Cで塊状塩化鉄と塩化チタンを製造する方法において、炉内のガスの空塔換算速度(反応温度過半)が5~20cm/sとなるように塩素含有ガスを導入し、かつ間歇的に空塔換算速度が初期速度の1.2~3倍の範囲内の値となるようにならぬ含有ガス導入量を増加させることを特徴とする固塩化チタンの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

含チタン風呂を塊状塩化鉄して固塩化チタンを製造する方法においては、チタン風呂及び還元剤を炉内に供給し、炉内に通常空塔換算速度約20cm/s程度以上の速さで塩素含有ガスを上向きに吹込んで、塊状物を形成させながら反応をしなわせる。この方法では、生成する固塩化チ

タンを含む塩化物ガスが塩化鉄上部から抜き出されるときに、一部の含チタン風呂が未反応のままで生成塩化物ガスに伴なわって運動炉からキャリーオーバーすることが避けにくく、工業的実施上問題となつてゐる。

このキャリーオーバー現象をできるだけ少くするには、使用する含チタン風呂は粒度分布の巾が小さく、粒度および密度が塊状化適性にかなうものであることが要求される。現在一般に使用されている天然のルチル鉱石は、それ自体塊化適性をもつた好ましい風呂ではあるが、それでも反応進行に伴なう粒度変化などもあつて、キャリーオーバーの問題を完全に回避することはむづかしい。最近、天然ルチル鉱石の邊縁に伴なつて、産出量の多い含チタン鉄鉱中のチタン分を富化し天然ルチル鉱に近い組成のチタン鉄鉱を得て、これを代替使用する試みがなされているが、この場合はキャリーオーバー現象は更にやつかない問題となる。例えば含チタン鉄鉱を熱風で乾燥処理して紙などの不純物

を除去して得られるチタン酸化物は、通常流動塩素化用原料として適さない微粉状のもの、實は粗粒であつても比重が小さかつたり、反応工程での粒子の飛散や崩壊のために破砕化したりして、キャリーオーバー現象を防ぐことがむづかしいものが多い。また、含チタン酸塩中の鉄分を選択的に塩素化して除去することによつて得られるチタン酸化物も同様の問題をもつてゐる。

このように、チタン原料の塩素化においては、多かれ少なかれ未反応チタン酸のキャリーオーバーの問題があり、そのために流動塩素化条件が制約され、原料の性質及び性状が制限され、更には収率の低下をきたしたりする。

本発明者等は、前記チタン酸化物を含む広範囲のチタン原料を用いてキャリーオーバーを減少し得ることのできる流動塩素化条件を見出すべく、塩化炉内のガス速度の可変的に低い領域で操作することについて検討を進めた。その結果、ガス速度が空塔速度20cm/秒以下と

いつた低い範囲のものであるときはキャリーオーバーを著しく抑制することができるものの、炉内運動部に詰詰等の好ましくない現象が発生し、それが前記低ガス速度域での操業時間の経過とともに増大し、一定時間後には操業不能になる恐れもあることを確認した。そして回配ガス速度の低い領域での操業に際し得る面に炉内部のガス速度を高めて運動層が強い運動状態になるよう圧素含有ガス量を間歇的に変化させることにより、このような好ましくない現象を抑制できること、それによつてガス速度の低い領域での反応を主体として強めしキャリーオーバーを抑制しながら連続的に高収率で固塩化チタンを製造できることを見出した。

すなわち、本発明は流動塩化炉にチタン原料及び還元性物質を供給し、塩素含有ガスを導入して900~1100℃で流動塩素化し固塩化チタンを製造する方法において、炉内のガスの空塔速度(反応加熱部)が5~20cm/秒となるよう圧素含有ガスを導入し、かつ間歇的に空塔

速度が回配速度の1.2~3倍の範囲内の値となるように塩素含有ガス導入量を増加させることを特徴とする固塩化チタンの製造方法である。

本発明においては、チタン原料及び還元性物質を塩化炉内に供給し、炉下部より塩素含有ガスを通常は空塔速度5~20cm/秒の低速度で導入してチタン原料を流動化し900~1100℃で塩素化反応させる。従つてチタン原料としては天然のルチル金石の他に各種チタン酸化物が広く用いることができる。これらは比較的粗粒のものが好ましいが、一部微粉を含んでいふことを防げない。還元性物質としては珪藻土~100メッシュ(タイラー基準、以下同じ)程度の不良、コークス等の固体反応質還元剤が用いられる。流動塩素化には塩素含有ガスが用いられるが、このガスは塩素と、必要に応じて酸素、空気、その他の不活性ガスを含んだものである。

流動化ガスをこのような低速度にすると、炉内で原料が流動化したり偏在したりするが、本発明においては間歇的に高速度で塩素含有ガスを

導入してこれらを未然に防ぐことができる。すなわち本発明においては、炉内の流動化ガスの空塔速度が間歇的に20~40cm/秒毎回は回配定常速度の1.2~3倍の範囲の適当な値となるよう、塩素含有ガス導入量を変化させる。定常の低ガス速度領域と間歇的な高ガス速度領域とのサイクルは、流動塩化炉の大きさ、反応温度、チタン原料の種類等の相違により異なり一枚にいえないが、一般に高ガス速度0.5~6分と低ガス速度3~30分、或ましくは高ガス速度1分~3分と低ガス速度5分~15分とし、適当なサイクルを設定して反復する。炉内のガス速度を間歇的に変えるには通常おこなわれる各種の手段を採用できるが、例えば後記実施例におけるが如く炉へのガス導入管に取り弁と電磁弁をもつバイパスとを設けて該電磁弁を開閉することによりガス流量を変化させる方法が推奨される。

本発明の塩素化反応は、主として高いガス速度、すなわち炉内のガスの空塔速度が5~20

1/sで行なわれるので、キャリーオーバーする未反応物を少なくすることができ、また還元性ガスの炉内滞留時間が長くなり、比較的低い温度範囲でも均化反応の効率を高めることができる。

図は実験例において用いた装置の説明図である。1は焼却炉であり、この上面にチタン原料用ホッパー2及び還元性物質用ホッパー3が取り付けられており、チタン原料及び還元性物質はそれぞれスクリューフィーダー4及び5を通じて、焼却炉1中に導入される。焼却炉1にて生成する反応生成物及び飛散物質は導管6を通りサイクロン7中に導かれる。サイクロン7では未反応物または固塩化チタン以外の生成物質例えば固体の塩化鉄等が分離され導管8に導かれる。固塩化チタンを含むガスは導管8を通り、次の冷媒、精製系に送られる。

一方焼却炉1下部には導管10を通して還元性ガス及び還元ガスが導入される。還元導入用の

導管15には弁18が、酸素導入用の導管16には弁19が、還元導入用の導管17には弁20がそれぞれついており導管10に接続している。導管10には弁12が付いており、弁13と電磁弁14とが付いている導管11のバイパスをもつている。

次表1～3は、実験例において用いたチタン原料及び還元性物質の組成性状を示す。なお、本明細書中における密度は100°Cメッシュインダーに充填した粉粒体の真密度を規定し、これを100で割った値である。

表1 チタン原料(後述法によるチタン酸化物)

TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	密 度	性 能
96.5%	1.6%	1.73g/cm <sup>3</sup>	32～200メッシュのもの 99%以上

表2 チタン原料(天然ルチル鉱石)

TiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	密 度	性 能
94.5%	0.6%	2.65g/cm <sup>3</sup>	48～200メッシュのもの 99%以上

表3 還元性物質(石油コークス)

炭素分	密 度	性 能
96～98%	0.97g/cm <sup>3</sup>	20～80メッシュのもの 99%以上

## 実験例1

図C示すような装置において、内径40mm、高さ150mmの塩化炉に表2に記載のチタン原料をホッパー2及びスクリューフィーダー4を通して、また表3に記載の石油コークスをホッパー3及びスクリューフィーダー5を通してそれぞれ25.0kg/時及び6.5kg/時の割合で供給した。

一方バルブ12、13、18、19及び20の開口速度を、電磁バルブ14を閉じた場合の塩化炉内のガスの空塔速度が15.6cm/sでしかも導入量が塩素384L/min、酸素204L/minとなるように、又はまた電磁バルブ14を開いた場合の空塔速度が25.9cm/sでしかも導入量が塩素388L/min、酸素364L/min、還元594L/minとなるように設定し、電磁バルブ14を8分間閉じて2分間開くよう

作動させて、還元化ガスを導入し、連続的に還元化反応をおこなつた。この結果、サイクロン7で捕集された未反応チタン原料(キャリーオーバー量)は塩化炉1内に導入したチタン原料に対して2.5%にすぎなかつた。また塩化炉内での焼結は起らず、反応温度約1000°Cで比較的的に固塩化チタンを製造することができた。

他方、比較のために同じ条件で電磁弁14を開いたまま燃焼したところ、キャリーオーバー量は5.2%であつた。また電磁弁14を開じたまま燃焼したところ、キャリーオーバー量は少くなつたが、塩化炉1内での部分焼結が起つて長時間の燃焼が不可避であつた。

## 実験例2

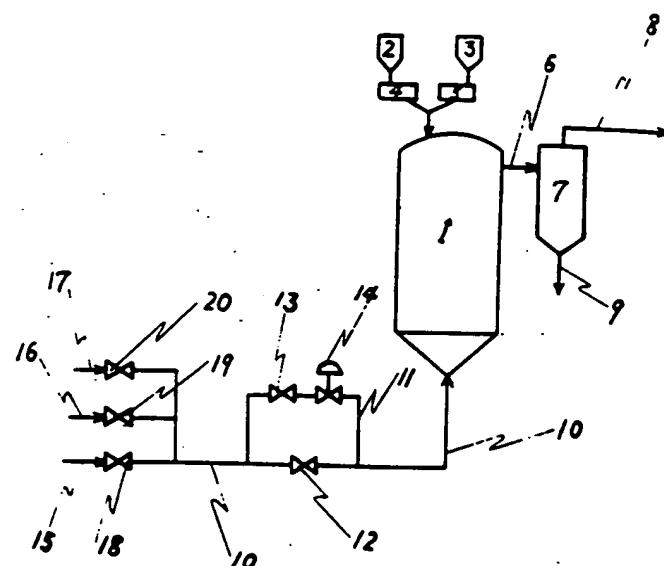
実験例1と同じ装置を用い、表1に記載のチタン原料を20.0kg/時、表3に記載の還元性物質を6.3kg/時の割合で塩化炉1に供給した。また内径にしてバルブ12、13、18、19及び20の開口速度を予め設定し、電磁バルブ14を開じた場合にガスの空塔速度が13.5cm/sでしかも

導入量が塩素 170 L/分、酸素 17 L/分、窒素 30 L/分となるように、また電磁バルブ 14 を開いた場合は、自己循環回数が 20.8 回/秒で、しかも導入量が塩素 262 L/分、酸素 27 L/分、窒素 47 L/分となるようにし、電磁バルブ 14 を 10 分間閉じて 3 分 30 秒開くよう作動させて、塩素化ガスを導入し、逐段的に塩素化反応を起こさせた。この結果、サイクロン 7 で捕集された未反応チタン原料は供給チタン原料に対して僅か 2.1 % であつた。生成した四塩素化チタンは導管 6、サイクロン 7、導管 8 を通つて次の冷却精製系に導かれた。

#### 4. 装置の簡単な説明

図は実施例において用いた装置の説明図で、本発明の実施形態の一例を示す。

1. 塵動塩素化炉	2. チタン原料用ポンパー
3. 硝酸性物質用ポンパー	4. 5. スクリューフィーダー
6. サイクロン	10. 塩素化ガス導入管
14. 電磁弁	



特許出願人 石原産業株式会社

#### 5. 前記以外の発明者

住所 大阪府堺市西寺元町1丁目66番地  
氏名 森田俊明

住所 大阪府堺市野町221番地  
氏名 中村忠義

Partial English translation of cited Reference 3

(JP-A S49-042518/1974)

What is claimed is:

A process for producing titanium tetrachloride by supplying a raw titanium material and a reducing substance to a fluidized chlorinating furnace and introducing a chlorine-containing gas to chlorinate the raw titanium material at a temperature of 900 to 1100°C while being fluidized, characterized in that the chlorine-containing gas is introduced so that the superficial linear velocity of the gas in the furnace (based on the reaction temperature) becomes 5 to 20 cm/sec., and that the amount of the chlorine-containing gas is increased so that the superficial linear velocity of the gas can intermittently achieve a value 1.2 to 3 times larger than said superficial linear velocity (5 to 20 cm/sec.).

(3000円)

## 特許願

特許庁長官 三毛幸大 題  
昭和47年 8月31日

1. 発明の名称 固塗化チタンの製造方法

2. 発明者 石原トシヒコ・マツヤマ・タケシ  
住所(公序) 東京都東山区山内町ノ宮東水町10番地  
氏名 原文宣 賀賀(元文宣)

3. 特許出願人  
本邦登記番号 15000000000000000000  
住所 大阪市西成区西成2丁目11番地の1  
氏名 (835) 石原株式会社  
取締役社長 佐藤三

4. 代理人  
本邦登記番号 15000000000000000000  
住所(公序)  
氏名(名称)

5. 送付希望の日数  
(1) 期日前本 1通  
(2) 明確書 1通  
(3) 速達  
(4) 遅延  
17 066073

⑩ 日本国特許庁

## 公開特許公報

⑪特開昭 49-42518  
⑬公開日 昭49.(1974) 4.22  
⑭特願昭 47-86673  
⑮出願日 昭47.(1972) 8.31  
審査請求 未請求 (全4頁)

厅内整理番号 52日本分類

722542 10 E11  
720341 15 E2

## 明細書

## 1. 発明の名称 固塗化チタンの製造方法

## 2. 特許請求の範囲

焼却炉化炉にチタン原料及び還元性物質を供給し、還元含有ガスを導入して、900~1100℃で還元焼却化し固塗化チタンを製造する方法において、炉内のガスの空塔體積(反応室容積)が6~20cm<sup>3</sup>/秒となるように還元含有ガスを導入し、かつ間歇的に空塔體積が当該速度の1.2~3倍の範囲内の値となるように還元含有ガス導入量を増加させることを特徴とする固塗化チタンの製造方法。

## 3. 発明の詳細な説明

含チタン原料を焼却炉化して固塗化チタンを製造する方法においては、チタン原料及び還元剤を炉内に供給し、炉内に適當空塔體積約20cm<sup>3</sup>/秒程度以上の速度で還元含有ガスを上向きに吹込んで、燃焼熱を移収させながら反応をかこなわせる。この方法では、生成する固塗化チ

タンを含む塗化物ガスが塗化炉上部から抜き出されるときに、一部の含チタン風呂が未反応のままで生成塗化物ガスに伴なされて塗化炉からヤヤリーオーバーすることが避けにくく、工業的実施上問題となつてゐる。

このヤヤリーオーバー現象をできるだけ少くするためには、使用する含チタン風呂は粒度分布の巾が小さく、密度および密度が焼却化過程にかたりものであることが要求される。現在一般に使用されている天然のルナル鉱石は、それ自身融解性をもつた好きな風呂ではあるが、それでも反応進行に伴なう粒度変化などもあるので、ヤヤリーオーバーの問題を完全に回避することはむづかしい。最近、天然ルナル鉱石の選別技術が進歩し、粒度の多い含チタン風呂中のチタン分を富化し天然ルナル鉱に近い組成のチタン風呂を得て、これを代替使用する試みがなされているが、この場合はヤヤリーオーバー現象は既にやつかいを問題となる。例えば含チタン風呂を粒度で選別して鉄などの不純物

を挿入してゆられるタタン触媒物は、通常起動触媒化用触媒として適さない微粉状のもの、或は粗粒であるつても比重が小さかつたり、反応工作中の粒子の飛散や漏洩のために被活性化したりして、キャリーオーバー現象を防ぐことがむづかしいものが多い。また、含タタン触媒中の成分を過剰的に活性化して除去することによつて得られるタタン触媒物も内部の問題をもつてゐる。

このように、タタン触媒の活性化法においては、多かれ少なかれ未反応タタン触媒のキャリーオーバーの問題があり、そのために反応触媒化触媒が剥離され、触媒の初期及び微粉が剥離され、更には反応の低下をきたしたりする。

本発明者等は、自己タタン触媒物を含む圧縮型のタタン触媒を用いてキャリーオーバーを最少限に抑えることのできる活性化触媒条件を見出すべく、活性化炉内のガス速度の可能な限り低い領域で操作することについて実験を進めた。その結果、ガス速度が空塔速度20cm/秒以下と

特開昭61-42518 図  
いつた長い時間のものであるときはキャリーオーバーを抑制することができるものの、炉内触媒部に異常事の原因しくない現象が発生し、それが自己活性ガス温度での活性時間の延長とともに増大し、一定時間後には加熱不足になる恐れもあることを確認した。そして自己活性ガス速度の長い領域での操作に異常が生ずる前に炉内炉のガス速度を高めて活性時間が長い活性化過程をよりよく活性含有ガス量を時間的に変化させることにより、このようなくましくない現象を抑制できること、それによつてガス速度の長い領域での反応を立体として操作しキャリーオーバーを抑制しながら過渡的に高浓度で活性化タタンを調達できることを算出した。

すなわち、本発明は活性化炉にタタン触媒及び活性化触媒を供給し、活性含有ガスを導入して900~1100℃で活性化後活性化した活性化タタンを調達する方法において、炉内のガスの空塔速度(反応器出口)が0~30cm/秒となるように活性含有ガスを導入し、かつ時間的に空塔

速度が初期速度の1.2~3倍の範囲内の値となるように活性含有ガス導入量を増加せるととを特徴とする活性化タタンの調達方法である。

本発明においては、タタン触媒及び活性化触媒を活性化炉内に供給し、炉下部より活性含有ガスを通常は空塔速度5~20cm/秒の低速度で導入してタタン触媒を活性化し900~1100℃で活性化反応させる。従つてタタン触媒としては天然のルチル鉱石の他に各種タタン触媒物が広く用いることができる。これらは比較的粗粒のものが好ましいが、一粒微粉を含んでいるととを防げない。活性化触媒としては粒径0~100メッシュ(タイラー標準、以下同じ)粗粒の不純、コータス等の固体炭素質活性化触媒が用いられる。活性化には活性含有ガスが用いられるが、このガスは氮素と、必要に応じて酸素、空気、その他の不活性ガスを含んだものである。

活性化ガスをこのような速度にすると、炉内で飛散したり漏れたりするが、本発明においては過度的に高速度で活性含有ガスを

導入してこれらを飛散に防ぐことができる。すなわち本発明においては、炉内の活性化ガスの空塔速度が時間的に20~60cm/秒普通は前記空塔速度の1.2~3倍の範囲の適当な値となるように、活性含有ガス導入量を変化させる。左方のガス速度領域と過渡的な高ガス速度領域とのサイクルは、活性化炉の大きさ、反応器、タタン触媒の種類等の相違により異なり一般にいえども、一般に高ガス速度0.8~0.9分と低ガス速度3~30分、遅ましくは高ガス速度1分~3分と低ガス速度6分~18分とし、過渡性サイクルを設定して反復する。炉内のガス速度を過度的に変えるには通常かとなわれる各段の手順を採用できるが、例えば後記実施例にかけるが簡く炉へのガス導入管に取り付と電磁弁をもつペイプとを接続して該電磁弁を開閉することによりガス流量を変化させる方法が採用される。

本発明の活性化反応は、主として長いガス速度、すなわち炉内のガスの空塔速度が0~30

の内で行なわれるので、ヤナリーオーバーなる素反応を少なくすることができ、また電気含有ガスの内門濃度時間が長くなり、比較的長い過度時間でも均一化反応の効率を高めることができる。

図は後記実験例において用いた装置の概要圖である。1は炭化炉であり、この上面にチタン酸熱用ホフバー<sup>2</sup>及び電元性物質用ホフバー<sup>3</sup>が取り付けられており、チタン酸熱及び電元性物質はそれそれスクリューフィード<sup>4</sup>及び<sup>5</sup>を通じて、炭化炉<sup>1</sup>中に導入される。炭化炉<sup>1</sup>にて生成する反応生成物及び未燃ガスは導管<sup>6</sup>を経てサイクロン<sup>7</sup>中に導かれる。サイクロン<sup>7</sup>では未燃ガスまたは固塗化チタン以外の生成物質たるは固体の塗化物等が分離され導管<sup>8</sup>に導かれる。塗化チタンを含むガスは導管<sup>6</sup>を経て、次の冷却、精製系に通られる。

一方炭化炉<sup>1</sup>下部には導管<sup>10</sup>を通して導入、吸出及び送入される。導管導入用の

特開昭6-42518 図  
導管<sup>10</sup>には弁<sup>18</sup>が、吸出導入用の導管<sup>10</sup>には弁<sup>19</sup>が、導管導入用の導管<sup>17</sup>には弁<sup>20</sup>がそれぞれついており導管<sup>10</sup>に接続している。導管<sup>10</sup>には弁<sup>18</sup>が付いており、弁<sup>13</sup>と電磁弁<sup>16</sup>とが付いている導管<sup>11</sup>とバイパスをもつている。

表表1-3は、実験例において用いたチタン酸熱及び電元性物質の組成値を示す。又、本実験例中における尚留度は100±4メッシュインダーに充填した精整体の直角(角)を規定し、これを100で割つた値である。

表1 チタン酸熱(後式機によるチタン酸熱)

T10 <sub>0</sub>	T000 <sub>0</sub>	尚留度	直角
96.5%	1.6%	173%/ <sub>m</sub> <sup>3</sup>	32~200メッシュの60% 99.9%以上

表2 チタン酸熱(炭酸カルシウム)

T10 <sub>0</sub>	T000 <sub>0</sub>	尚留度	直角
94.5%	0.6%	268%/ <sub>m</sub> <sup>3</sup>	48~200メッシュの60% 99.9%以上

表3 電元性物質(石炭コータス)

灰分	尚留度	直角
96~98%	0.9%/ <sub>m</sub> <sup>3</sup>	20~80メッシュの60% 99.9%以上

実験例1

図に示すような装置において、内径40mm、高さ150mmの塗化炉に表3に記載のチタン酸熱をホフバー<sup>2</sup>及びスクリューフィード<sup>4</sup>を通して、また表3に記載の石炭コータスをホフバー<sup>3</sup>及びスクリューフィード<sup>5</sup>を通してそれぞれ25.0kg/m<sup>3</sup>及び0.6kg/m<sup>3</sup>の割合で供給した。

一方バルブ12、13、18、19及び20の開口速度を、電磁バルブ16を閉じた場合の塗化炉内のガスの空塔通過速度が15.0cm<sup>3</sup>/秒でしかも導入量が塗炭184kg/min、炭素304kg/minとなるように、又、また電磁バルブ16を開いた場合の空塔通過速度が25.0cm<sup>3</sup>/秒でしかも導入量が塗炭328kg/min、炭素344kg/minとなるように設定し、電磁バルブ16を0分間閉じて2分間開くよう

作動させて、塗炭化ガスを導入し、過渡的に塗炭化反応をさせた。この結果、サイクロン<sup>7</sup>で捕集された未燃チタン酸熱(ヤナリーオーバー)は塗化炉<sup>1</sup>内に導入したチタン酸熱に対して8.5%にすぎなかつた。また塗化炉<sup>1</sup>内の尚留は明らかで、反応程度約1000°Cにて塗炭化チタンを製造することができた。

他方、比較の為に同じ条件で電磁弁16を開いたまま捕集したところ、ヤナリーオーバー量は8.2%であつた。また電磁弁16を開じたまま供給したところ、ヤナリーオーバー量は少くなかつたが、塗化炉<sup>1</sup>内での部分供給が起つて長時間の供給が不可能であつた。

実験例2

同上と同じ装置を用い、表1に記載のチタン酸熱を50.0kg/m<sup>3</sup>、表3に記載の電元性物質を0.6kg/m<sup>3</sup>の割合で塗化炉<sup>1</sup>に供給した。また開口にしてバルブ12、13、18、19及び20の開口速度を予め設定し、電磁バルブ16を開じた場合にガスの空塔通過速度が12.8cm<sup>3</sup>/秒でしかも

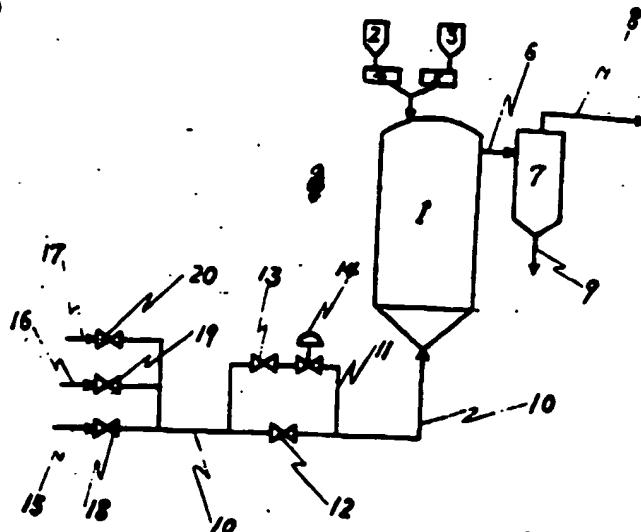
特許昭49-42518 (4)

導入量が流量 170 L/分、吸気 17 L/分、送風 30 L/分となるように、また電動ペルプ 14を開いた場合は、電動機速度が 20.8 cm/秒で、しかも導入量が流量 262 L/分、吸気 37 L/分、送風 47 L/分となるようにし、電動ペルプ 14を 10 分間鳴じて 3 分 30 秒間くより作動させて、塩素化ガスを導入し、過酸化物塩素化反応をさせた。この結果、サイタロン 7 で捕獲された未反応チタン酸霧は供給チタン酸霧に対して僅か 2.1 %であつた。生成した固塩化チタンは導管 8、アイタロン 7、導管 9 を通つて次の分離精製系に導かれた。

## 4. 装置の簡単な説明

図は実用例において用いた装置の概略図で、本発明の実施形態の一例を示す。

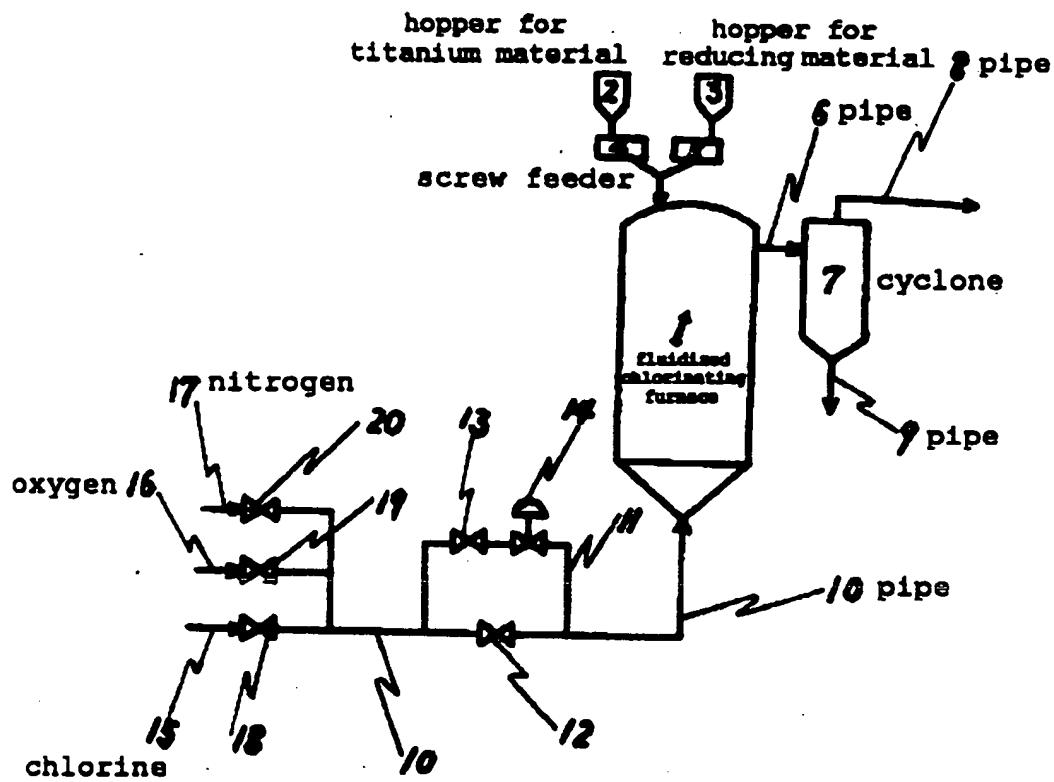
1. 電動塩化炉	2. チタン酸霧用ホッパー
3. 過酸化物使用ホッパー	4. スクリューフィーダー
5. サイタロン	10. 塩素化ガス導入管
14. 電動弁	



特許出願人 石原電気株式会社

## 5. 記載以外の発明者

住 所	大阪府守口市守口町 1丁目 6-6 号地
氏 名	吉田 俊輔
住 所	滋賀県守山市守山町 331 号地
氏 名	中村 信義



This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

FADED TEXT OR DRAWING

BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

SKEWED/SLANTED IMAGES

COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

GRAY SCALE DOCUMENTS

LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images  
problems checked, please do not report the  
problems to the IFW Image Problem Mailbox**